

**BEST AVAILABLE COPY****Water soluble monoazo dyes for nylon**

**Publication number:** DE2714204  
**Publication date:** 1977-10-13  
**Inventor:** BRIERLEY DAVID (GB); RIDYARD DENIS ROBERT  
ANNESLEY (GB); YELLAND MICHAEL (GB)  
**Applicant:** ICI LTD  
**Classification:**  
**- international:** **C09B29/01; C09B29/30; C09B62/53; D06P1/39;**  
**C09B29/00; C09B62/44; D06P1/39; (IPC1-7):**  
**C09B29/30**  
**- european:** C09B29/00B1; C09B29/30; C09B62/53; D06P1/39  
**Application number:** DE19772714204 19770330  
**Priority number(s):** GB19760012735 19760330

**Also published as:**

 US4330468 (A1)  
 NL7702338 (A)  
 JP52117928 (A)  
 GB1557205 (A)  
 FR2346411 (A1)

more &gt;&gt;

**Report a data error here**

Abstract not available for DE2714204

Abstract of corresponding document: **US4330468**

Water-soluble monoazo dyes for nylon having the formula: wherein ring A may optionally be substituted by halogen, trifluoromethyl, alkoxy, acylamino or alkyl having from 1 to 4 carbon atoms, R represents hydrogen or unbranched alkyl having from 1 to 4 carbon atoms, R1 represents hydrogen, alkyl or hydroxyalkyl, X represents unbranched alkyl having from 1 to 6 carbon atoms, cycloalkyl, halogen, nitro, trifluoromethyl, sulfo, vinylsulphonyl, hydroxyethylsulphonyl, sulphatoethylsulphonyl, -SO<sub>2</sub>NHR<sub>2</sub>, wherein R<sub>2</sub> represents hydrogen or alkyl having from 1 to 4 carbon atoms, or -COOR<sub>3</sub> wherein R<sub>3</sub> represents hydrogen, alkyl having from 1 to 7 carbon atoms, cycloalkyl or aryl, and n represents an integer of from 0 to 3. The dyes are suitable for application to polyamide textile materials. They give a high degree of thermal stability and fastness to wet treatments and to light.

---

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide

51

Int. Cl. 2:

C 09 B 29/30

19 BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



DT 27 14 204 A 1

Bezeichnung des Patents

19

# Offenlegungsschrift 27 14 204

21

Aktenzeichen: P 27 14 204.7

22

Anmeldetag: 30. 3. 77

43

Offenlegungstag: 13. 10. 77

31

Unionspriorität:

12 33 31

30. 3. 76 Großbritannien 12735-76

54

Bezeichnung: Monoazofarbstoffe

71

Anmelder: Imperial Chemical Industries Ltd., London

74

Vertreter: Fincke, H., Dr.-Ing.; Bohr, H., Dipl.-Ing.; Staeger, S., Dipl.-Ing.;  
Kneißl, R., Dr.rer.nat.; Pat.-Anwälte, 8000 München

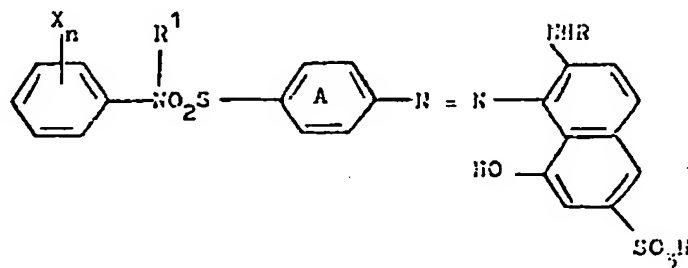
72

Erfinder: Brierley, David; Ridyard, Denis Robert Annesley; Yelland, Michael;  
Manchester, Lancashire (Großbritannien)

2714204

PATENTANSPRÜCHE

1. Wasserlösliche Monoazofarbstoffe, die in Form der freien Säure die allgemeine Formel



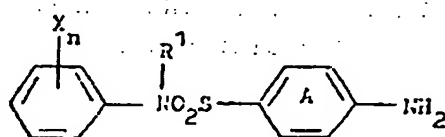
aufweisen, worin A ggf. durch Halogen, Trifluormethyl, Alkoxy, Acylamino oder Alkyl mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen substituiert ist, R für Wasserstoff oder unverzweigtes Alkyl mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen steht,  $R^1$  für Wasserstoff, Alkyl oder Hydroxylalkyl steht, X für unverzweigtes Alkyl mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen, Cycloalkyl, Halogen, Nitro, Trifluormethyl, Sulfo, Vinylsulfonyl, Hydroxyäthylsulfonyl, Sulfatoäthylsulfonyl,  $-SO_2NHR^2$  (worin  $R^2$  Wasserstoff oder Alkyl mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen ist) oder  $-COOR^3$  (worin  $R^3$  Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 7 Kohlenstoffatomen, Cycloalkyl oder Aryl ist) steht und n für eine Ganzzahl von 0 bis 3 steht.

2. Farbstoffe nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß R und  $R^1$  jeweils für Wasserstoff stehen, der Ring A unsubstituiert ist, X für unverzweigtes Alkyl mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen steht und n für 0 bis 3 steht.

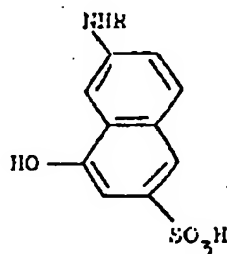
709841/0874

ORIGINAL INSPECTED

3. Farbstoffe nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß R für Wasserstoff steht,  $R^1$  für Hydroxyalkyl steht, der Ring A unsubstituiert ist, X für unverzweigtes Alkyl mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen steht und n für 0 bis 3 steht.
4. Verfahren zur Herstellung der Farbstoffe nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man ein Amin der Formel



worin A,  $R^1$ , X und n die in Anspruch 1 angegebenen Bedeutungen besitzen, diazotiert und die erhaltene Diazoverbindung unter sauren Bedingungen mit einer Aminonaphtholsulfonsäure der Formel



worin R die in Anspruch 1 angegebene Bedeutung besitzt, kuppelt.

5. Verwendung der Farbstoffe nach Anspruch 1 zum Färben von Polyamidtextilmaterialien.

709841/0874

ORIGINAL INSPECTED

PATENTANWÄLTE  
DR.-ING. H. FINCKE  
DIPL.-ING. H. BOHR  
DIPL.-ING. S. STAEGER  
DR. rer. nat. R. KNEISSL

- 3.

PA Dr. Fincke - Bohr - Staeger - Dr. Kneissl - Müllerstr. 31 - 8000 München 5

MÜNCHEN 5, 30. März 1977  
Müllerstraße 31 2714204  
Fernruf: (089) 26 60 60  
Telegramme: Cloms München  
Telefax: 5239 03 claim d

Mappe No. 24204 - Dr.K/hö  
Bitte in der Antwort angeben  
ICI CASE Dd. 28661

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LTD.  
London - Großbritannien

"Monoazofarbstoffe"

---

PRIORITÄT: 30. März 1976 - Großbritannien - 12735/76

---

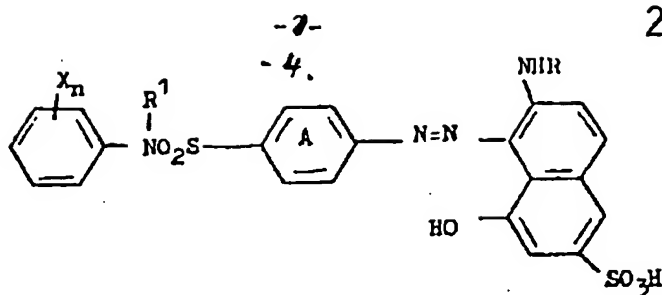
Die Erfindung bezieht sich auf Monoazofarbstoffe und auf das Aufbringen derselben auf Textilmaterialien.

Gemäß der Erfindung werden wasserlösliche Monoazofarbstoffe vorgeschlagen, die in Form der freien Säure die allgemeine Formel

-2-

709841/0874

2714204



aufweisen, worin A gegebenenfalls durch Halogen, Trifluoromethyl, Alkoxy, Acylamino oder Alkyl mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen substituiert ist, R für Wasserstoff oder unverzweigtes Alkyl mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen steht,  $R^1$  für Wasserstoff, Alkyl oder Hydroxyalkyl steht, X für unverzweigtes Alkyl mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen, Cycloalkyl, Halogen, Nitro, Trifluoromethyl, Sulfo, Vinylsulfonyl, Hydroxyäthylsulfonyl, Sulfatoäthylsulfonyl,  $-SO_2NHR^2$  (worin  $R^2$  Wasserstoff oder Alkyl mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen ist) oder  $-COOR^3$  (worin  $R^3$  Wasserstoff, Alkyl mit 1 bis 7 Kohlenstoffatomen, Cycloalkyl oder Aryl ist) steht und n für eine Ganzzahl von 0 bis 3 steht.

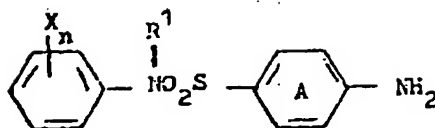
Eine bevorzugte Klasse von erfindungsgemäßen Farbstoffen umfaßt diejenigen, worin R und  $R^1$  jeweils für Wasserstoff stehen, der Ring A unsubstituiert ist, n für 0 bis 3 steht und X für unverzweigtes Alkyl mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen steht.

Eine weitere bevorzugte Klasse von erfindungsgemäßen Farbstoffen umfaßt diejenigen, worin R für Wasserstoff steht,  $R^1$  für Hydroxyalkyl steht, n für 0 bis 3 steht und X für unverzweigtes Alkyl mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen steht, wobei der Ring A unsubstituiert ist.

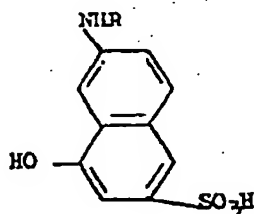
Die erfindungsgemäßen Farbstoffe können dadurch hergestellt werden, daß man ein Amin der Formel

709841/0874

RECEIVED

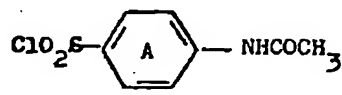


worin A, R<sup>1</sup>, X und n die oben angegebenen Bedeutungen haben, diazotiert und die resultierende Diazoverbindung unter sauren Bedingungen mit einer Aminonaphtolsulfonsäure der Formel

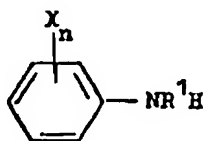


worin R die oben angegebene Bedeutung besitzt, kuppelt.

Amine für die Herstellung der erfindungsgemäßen Farbstoffe können durch an sich bekannte Verfahren erhalten werden, beispielsweise dadurch, daß man ein Sulfonylchlorid der Formel



worin A wie oben substituiert sein kann, mit einer Verbindung der Formel



worin  $R^1$ , X und n die oben angegebenen Bedeutungen besitzen, umgesetzt, und hierauf die Acetylaminogruppe in eine primäre Aminogruppe hydrolysiert.

Die Reaktionen, die zur Bildung der erfindungsgemäßen Farbstoffe führen, können unter Verwendung von Bedingungen ausgeführt werden, die in der technischen Literatur ausführlich beschrieben sind. In ähnlicher Weise können die Farbstoffe durch an sich bekannte Verfahren isoliert werden. Wie es bei anderen Farbstoffen, die Sulfonsäuregruppen enthalten, der Fall ist, ist es oftmals zweckmäßig, die Farbstoffe in Form ihrer wasserlöslichen Salze, insbesondere in Form ihrer Alkali-, Metall- oder Ammoniumsalze und ganz besonders in Form ihrer Natriumsalze, zu isolieren und zu verwenden. Es wird darauf hingewiesen, daß sich die Erfindung sowohl auf die freien Säuren als auch auf deren Salze bezieht.

Die erfindungsgemäßen Farbstoffe sind einzeln oder in Form von Gemischen besonders geeignet zum Aufbringen auf Textilmaterialien aus Polyamiden, wie z.B. Nylon-66, Nylon-6 und Nylon-11, wobei irgendwelche bekannte Verfahren zum Aufbringen von sauren Farbstoffen auf solche Materialien verwendet werden. Die Farbstoffe ergeben rote Färbungen mit einem hohen Grad an thermischer Stabilität und Echtheit gegenüber Naßbehandlungen und Licht.

Die Erfindung wird durch die folgenden Beispiele näher erläutert, worin alle Teile und Prozentangaben in Gewicht ausgedrückt sind.

#### BEISPIEL 1

2,48 Teile 4-Aminobenzolsulfonanilid werden in einem Gemisch aus 40 Teilen Eisessig und 4 Teilen 35,5%iger Salzsäure aufgelöst. Die Lösung wird auf 0 bis 5°C abgekühlt, und eine Lösung

709841/0874



von 0,70 Teilen Natriumnitrit in 5 Teilen Wasser wird zuge-  
tropft. Das Gemisch wird 2 st bei 0 bis 5°C gerührt, worauf  
die restliche salpetrige Säure durch Zusatz einer 10%igen  
Sulfaminsäurelösung zerstört wird. Die Diazolösung wird  
tropfenweise zu einer Lösung von 2,5 Teilen 2-Amino-8-naphthol-  
6-sulfonsäure in 100 Teilen Eis/Wasser zugegeben, wobei der  
pH mit Hilfe einer Natriumacetatlösung während der Zugabe auf  
2 bis 3 gehalten wird. Nach beendeter Kupplung wird das Pro-  
dukt abfiltriert. Der Filterkuchen wird wieder in 300 Teilen  
Wasser mit 50°C aufgelöst, und das Produkt wird durch Zusatz  
von Natriumchlorid bis zu einer Konzentration von 5% ausge-  
fällt. Das Produkt wird abfiltriert und getrocknet.

Wenn der Farbstoff auf Polyamidmaterialien aufgebracht wird,  
dann werden leuchtend bläulich-rote Farbtöne mit einer vor-  
züglichen Echtheit gegenüber Waschen und Licht erhalten.

#### BEISPIEL 2

2,92 Teile 4-Aminobenzolsulfon-N-(β-hydroxyäthyl)-anilid  
werden wie in Beispiel 1 diazotiert. Die Diazolösung wird  
zu einer Lösung von 2,5 Teilen 2-Amino-8-naphthol-6-sulfon-  
säure in 120 Teilen Eis/Wasser zugetropft, wobei der pH während  
der Zugabe mit Hilfe einer Natriumacetatlösung auf 2 bis 3 ge-  
halten wird. Nach beendeter Kupplung wird das Produkt abfil-  
triert, mit einer wässrigen Lösung, die 2% Natriumchlorid  
enthält, gewaschen und getrocknet.

Wenn der Farbstoff auf Polyamidmaterialien aufgebracht wird,  
dann werden leuchtend rote Farbtöne mit einer vorzüglichen  
Echtheit gegenüber Waschen und Licht erhalten.

Weitere erfindungsgemäße Farbstoffbeispiele ergeben sich aus  
der folgenden Tabelle. Die Aminobenzolsulfonamide in Spalte I  
werden unter sauren Bedingungen mit den Aminonaphtholsulfonsäuren

709841/0874

ORIGINAL INSPECTED

-6-

2714204

• 8 •

in Spalte II gekuppelt. Die Farbtöne der Produkte beim Aufbringen auf Polyamidmaterialien sind in Spalte III angegeben.

ORIGINAL INSPECTED

709841/0874

TABELLE

Jel- spiel	I	II	III
3	4-Aminobenzolsulfon-(2'-methyl)-anilid	2-Amino-8-naphthol-6-sulfonsäure	bläulich-rot
4	4-Aminobenzolsulfon-(4'-methyl)-anilid		
5	4-Aminobenzolsulfon-(2'-chloro)-anilid		
6	4-Aminobenzolsulfon-(2'-trifluoromethyl)-anilid		
7	4-Aminobenzolsulfon-(4'-chloro-2'-trifluoromethyl)-anilid		
8	4-Aminobenzolsulfon-(2',4'-dimethyl)-anilid		
9	4-Aminobenzolsulfon-(2',5'-dimethyl)-anilid		
10	4-Aminobenzolsulfon-N-(8-hydroxyäthyl)-anilid		
11	4-Aminobenzolsulfonanilid	2-Methylamino-8-naphthol-6-sulfonsäure	rubin
12	4-Aminobenzolsulfon-(2',4'-dimethyl)-anilid		
13	4-Aminobenzolsulfonanilid-3'-sulfonsäure		

709841/0874

Fortsetzung der TABELLE

bei- spiel	I	II	III
14	4-Aminobenzolsulfonanilid-3'- sulfonsäure	2-Amino-8-naphthol-6-sulfonsäure	bläulich- rot
15	4-Aminobenzolsulfon-(4'-methoxy- carbonyl)-anilid	"	"
16	4-Aminobenzolsulfon-(2',5'-di- chloro)-anilid	"	"
17	4-Aminobenzolsulfon-(3'-Sulfato- äthylsulfonyl)-anilid	"	"
18	4-Aminobenzolsulfon-N-(8-hydroxy- propyl)-anilid	"	"

709841/0874

2714204

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☒ **OTHER: \_\_\_\_\_**

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**